

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2000146796
PUBLICATION DATE : 26-05-00

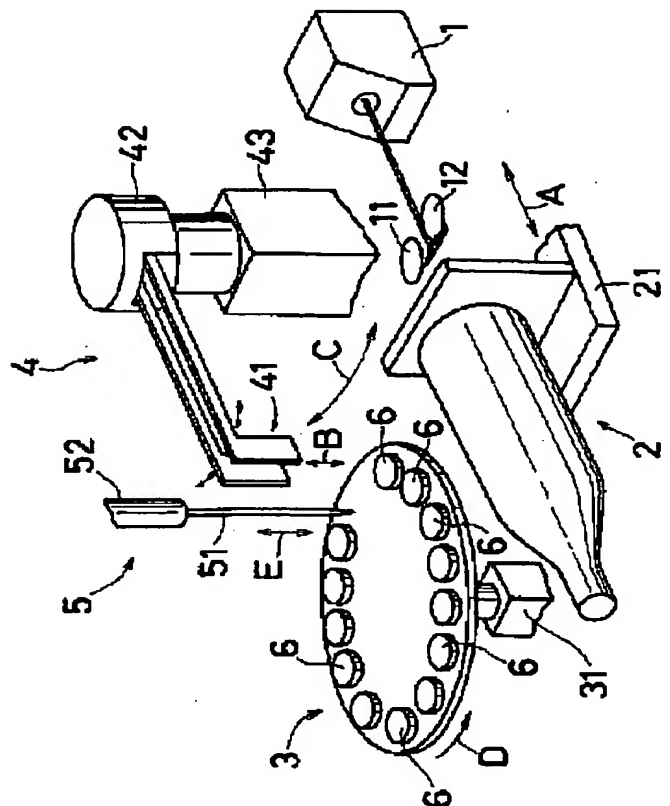
APPLICATION DATE : 13-11-98
APPLICATION NUMBER : 10323056

APPLICANT : SHIMADZU CORP;

INVENTOR : OKINO TAKAYUKI;

INT.CL. : G01N 5/04

TITLE : APPARATUS OF
THERMOGRAVIMETRY



ABSTRACT : **PROBLEM TO BE SOLVED:** To localize the difference of natural evaporation by forming a pin hole for a pan lid at a constant timing before starting measurement, for example immediately before setting to a measurement part for each sample pan although later pin holes need to wait for a long time.

SOLUTION: When an automatic operation start command is given, first a punching mechanism drive part 52 is operated and a punching pin 51 is lowered and then a pin hole is punched to the pan lid of one sample pan 6 on a sample pan standby tray 3. Then, the tray 3 is rotated, and a carrying grip 41 is lowered and grips the pan 6 where a pin hole is punched and then carries it to a sample measurement stand 11. Then, a heating oven unit 2 advances and accommodates a sample on the measurement stand 11 in the furnace, heats it, and then starts thermogravimetry. In each pan 6, a pin hole is punched to the pan lid automatically immediately before being carried onto the measurement stand 11. Therefore, even if a number of pans 6 are placed on the tray 3 and automatic operation is initiated, the amount of natural evaporation in the pan 6 becomes constant or essentially 0, so that there is no difference in the amount of natural evaporate due to the order of selection.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-146796
(P2000-146796A)

(43) 公開日 平成12年5月26日 (2000.5.26)

(51) Int.Cl.⁷
G 0 1 N 5/04

識別記号

F I
G 0 1 N 5/04

テーマコード* (参考)
B

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-323056

(22) 出願日 平成10年11月13日 (1998. 11. 13)

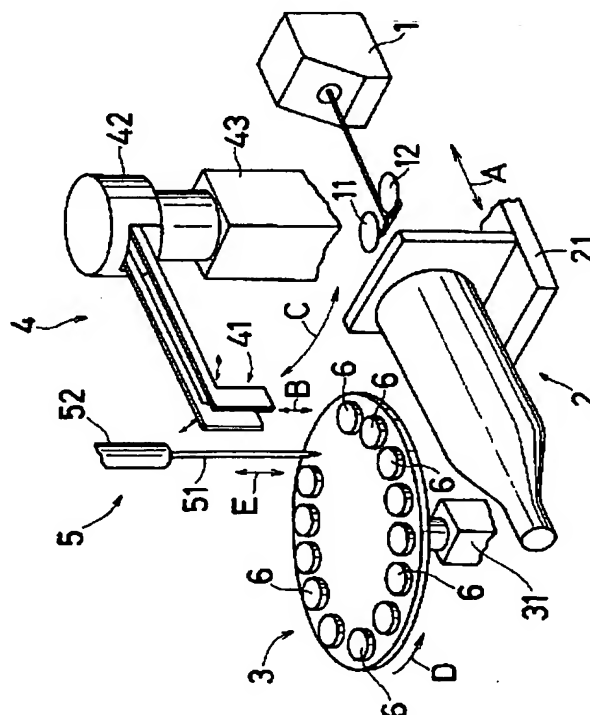
(71) 出願人 000001993
株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(72) 発明者 西野 孝二
京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会
社島津製作所内
(72) 発明者 沖野 孝之
京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会
社島津製作所内
(74) 代理人 100090608
弁理士 河▲崎▼ 眞樹

(54) 【発明の名称】 熱重量測定装置

(57) 【要約】

【課題】 あらかじめ密閉型の試料パンに収容した多数の試料を用意して、順次自動的に熱重量測定に供しても、各試料からの自然蒸発量を最小限に抑えて全ての試料に対して正確な測定を行うことのできる熱重量測定装置を提供する。

【解決手段】 試料パン内に封入された複数の試料を順次熱重量測定部に対して搬送・設定する自動設定機構と、その自動設定機構による搬送途上の試料パンのパン蓋に所定のタイミングで順次ピンホールを形成する穿孔機構を設け、各試料パンのパン蓋に熱重量測定の直前等の一定のタイミングでピンホールを穿つことで、常温での試料からの自然蒸発量を最小限に抑える。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料を所定の昇温速度で加熱しつつその重量変化を測定する熱重量測定装置において、あらかじめ個々の試料パンに収容された複数の試料を順次自動的に搬送して熱重量測定部に設定する自動設定機構と、その自動設定機構による搬送途上の各試料パンのパン蓋に対し、熱重量測定部に設定される前の所定の時点でピンホールを形成する穿孔機構を備えていることを特徴とする熱重量測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、試料に含まれる水分や熱分解挙動を分析する熱重量測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 試料中の水分には、水分子の試料との結合、集合形態により様々に分類されるが、例えば現象論的には自由水と不凍水に区分することができる。前者は常圧下の水の沸点である100℃以下の温度で気化するが、後者は比較的結合力が強く、気化温度は100℃を越えることが多い。このことを利用し、熱重量測定(TG)によって両者の量を測定することができる。熱重量測定の具体的手法は、一般に、加熱機能と重量測定機能を備えた熱天びん等とも称される熱重量測定装置を用いて、試料を試料パンに収容して一定の昇温速度で加熱しつつ、試料の経時的な重量変化を測定する。

【0003】 このような熱重量測定に際しては、測定前の試料からの自然蒸発を防ぐため、蓋により閉塞された密閉型の試料パンを用いるが、パン内の気圧を常圧に保つためにパンの蓋にピンホールを形成する手法が採られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、以上のような熱重量測定に際して、複数の試料をそれぞれの試料パンにあらかじめ収容しておき、これらを自動設定機構(オートサンブラ)によって順次熱重量測定装置の測定部にまで搬送してセットする場合がある。このような場合、パン内の気圧を常圧に維持すべく、各試料パンの蓋にあらかじめピンホールを穿孔しておく、時間の経過とともに僅かではあるが試料からの自然蒸発が進行し、測定順が後になる試料ほど定量の正確さが損なわれるという問題がある。特に、試料数が比較的多数の場合には、待機時間が十数時間にも及ぶ試料もあって、そのような試料については正確な測定結果を得ることはできない。

【0005】 本発明はこのような実情に鑑みてなされたもので、あらかじめ密閉型の試料パンに収容した多数の試料を用意して、順次自動的に熱重量測定に供しても、全ての試料に対して正確な測定を行うことのできる熱重量測定装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するため、本発明の熱重量測定装置は、試料を所定の昇温速度で加熱しつつその重量変化を測定する熱重量測定装置において、あらかじめ個々の試料パンに収容された複数の試料を順次自動的に搬送して熱重量測定部に設定する自動設定機構と、その自動設定機構による搬送途上の各試料パンのパン蓋に対し、熱重量測定部に設定される前の所定の時点でピンホールを形成する穿孔機構を備えていることによって特徴づけられる。

【0007】 本発明は、密閉型の試料パンに対するピンホールの穿孔をあらかじめ行うのではなく、自動設定機構により熱重量測定部に設定されるまでの間の所定のタイミングで個々の試料パンのパン蓋にピンホールを形成することにより、測定順に起因する試料からの自然蒸発量の差をなくし、もしくは自然蒸発を実質的に無くし、所期の目的を達成しようとするものである。

【0008】 すなわち、本発明の構成によれば、試料を収容した密閉型の試料パンは順次熱重量測定部に搬送・設定され、順番の遅いものほど待機時間が長くなるのであるが、パン蓋に対するピンホールの形成は、個々の試料パンについて例えば熱重量測定部に設定される直前等の、測定開始前の一定のタイミングのもとに行われるため、測定順に起因する自然蒸発の差を解消することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】 以下、図面を参照しつつ本発明の好適な実施の形態について述べる。図1は本発明の実施の形態の構成を示す斜視図である。装置は、重量測定機構1および加熱炉ユニット2を備えた熱重量測定装置部と、試料パン待機トレイ3および搬送機構4並びに穿孔機構5を含むオートサンブラ(自動設定機構)部、およびこれらの各機構を制御する制御部およびデータ処理部(いずれも図示せず)によって構成されている。

【0010】 各試料は、図2(A)および(B)に断面図を例示するように、金属製のパン本体61とその開口部を気密に封鎖する同じく金属製のパン蓋62とを備えてなる密閉型の試料パン6内にあらかじめ封入された状態で試料パン待機トレイ3上に載せられ、搬送機構4によって順次重量測定機構1の試料測定台11上に搬送される。

【0011】 重量測定機構1は試料測定台11上に作用する重量情報を刻々と出力する。また、加熱炉ユニット2は、加熱炉駆動機構21の駆動により図中矢印Aで示す方向に前後動し、後退時には図示のように試料測定台11から離脱した状態となり、前進時には試料測定台11を炉内に収容した状態となって、試料測定台11上の試料パン6を一定の昇温速度のもとに加熱することができる。なお、この例においては、DTA(示差熱分析)装置を兼用しているため、重量測定機構1は試料測定台11と参照試料を載せるための参照試料台12を備えた

水平型天びん機構を採用しているが、熱重量測定に際しては参照試料台 1 2 は一定重量の負荷状態とされ、重量測定機構 1 は試料測定台 1 1 上の重量情報のみを出力する。

【0012】搬送装置 4 は、搬送グリップ 4 1 と当該グリップ 4 1 を開閉するためのグリップ開閉機構 4 2、および搬送グリップ 4 1 を図中矢印 B で示すように上下動させ、かつ、同じく矢印 C で示すように回転させる搬送駆動部 4 3 を備え、試料パン待機トレイ 3 上の一定の把持位置に置かれた試料パン 6 を 1 個ずつ把持して試料測定台 1 1 上へと移送する。試料パン待機トレイ 3 は、回転機構 3 1 によって所定角度ずつ回転され、その上面に置かれている複数の試料パン 6 を順次搬送グリップ 4 1 による把持位置へとフィードする。

【0013】穿孔機構 5 は試料パン待機トレイ 3 の上方に配置され、穿孔ピン 5 1 とそれを装着して図中矢印 E で示すように上下動する穿孔機構駆動部 5 2 によって構成されている。そして、この穿孔機構 5 は、試料パン待機トレイ 3 上で搬送グリップ 4 1 による把持位置にフィードされる直前の試料パン 6 のパン蓋 6 2 にピンホールを形成するように構成されている。

【0014】次に、以上の本発明の実施の形態の自動運転時における動作手順について述べる。運転開始に先立ち、各試料をそれぞれ試料パン 6 内に封入した状態で試料パン待機トレイ 3 上に載せる。自動運転開始指令を与えると、まず、穿孔機構駆動部 5 2 が作動して穿孔ピン 5 1 を下降させ、試料パン待機トレイ 3 上の一つの試料パン 6 のパン蓋 6 2 にピンホールを穿つ。次に、試料パン待機トレイ 3 が回転して、ピンホールが穿たれた試料パン 6 を搬送グリップ 4 1 による把持位置にフィードし、搬送グリップ 4 1 が下降してその試料パン 6 を掴み、試料測定台 1 1 上に移送する。その後、加熱炉ユニット 2 が前進して試料測定台 1 1 上の試料を炉内に収容して加熱を開始し、熱重量測定を開始する。試料が所定の設定温度に達した時点で熱重量測定を終了するとともに、加熱炉ユニット 2 の加熱運転を停止する。炉内温度があらかじめ設定された温度にまで低下した後、加熱炉ユニット 2 が後退し、搬送グリップ 4 1 の動作によって測定を終了した試料パン 6 を試料台 1 1 上から別途定められた位置へと移送して 1 つのサイクルを終え、次のサイクルへと移行する。

【0015】次のサイクルにおいても、まず、穿孔機構駆動部 5 2 が作動して穿孔ピン 5 1 を下降させて一つの試料パン 6 のパン蓋 6 2 にピンホールを穿った後、試料パン待機トレイ 3 を回転させてその試料パン 6 を搬送グリップ 4 1 による把持位置にフィードし、試料グリップ 4 1 によって試料測定台 1 1 に移送し、熱重量を測定し、測定完了後に規定位置へと移送した後、更に次のサイクルへと移行する。

【0016】以上のように、本発明の実施の形態によれ

ば、試料パン待機トレイ 3 上に置かれた各試料パン 6 は、それぞれ、熱重量測定部である試料測定台 1 1 上に移送される直前において自動的にパン蓋 6 2 にピンホールが穿たれる。従って、多数の試料パン 6 を試料パン待機トレイ 3 上に載せて自動運転を開始しても、全ての試料パン 6 内の試料の自然蒸発量は一定もしくは実質的に 0 となり、測定順に起因する自然蒸発量の差を生じることがなく、全ての試料について正確な熱重量測定が可能となる。

【0017】なお、以上の実施の形態では、円盤状の試料パン待機トレイ 3 とスイングアーム式の搬送グリップ 4 1 と備えたオートサンブラに本発明を適用した例を示したが、例えば矩形の試料パン待機トレイと X-Y 移動式の搬送機構を組み合わせたもの等、任意の構造のオートサンブラに対して本発明を適用し得ることは勿論である。

【0018】また、重量測定機構 1 についても、上記のように DTA を兼ねている水平型天びん機構のほか、例えば吊り下げ型（下皿型）の天びん機構を用いた熱重量測定専用装置であってもよいことは言うまでもない。

【0019】更に、試料パン 6 の構造は、図 2 に例示したものに限定されることはなく、内部の試料を気密に封入することができるものであれば任意の構造のものを使用し得ることは勿論である。

【0020】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、あらかじめ試料を収容した複数の試料パンを順次熱重量測定部に搬送・設定する自動設定機構を備えるとともに、各試料パンには、熱重量測定部に搬送・設定される直前等の所定のタイミングのもとにそのパン蓋にピンホールが穿たれるので、試料パン内への試料封入を前もって行うことができるために、実際の測定を夜間無人運転等によって行うことができ、時間を有効に利用することができるばかりでなく、試料パン内の試料の自然蒸発量を最小限に抑え、かつ、各試料ごとの自然蒸発量の差が生じないため、多数の試料を順次自動的に測定しても、測定順に起因する誤差が生じず、測定の定量性並びに再現性が向上する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の実施の形態の構成を示す斜視図である。

【図 2】図 2 (A)、(B) はそれぞれ本発明の実施の形態に用いられる試料パン 6 の構造例を示す断面図である。

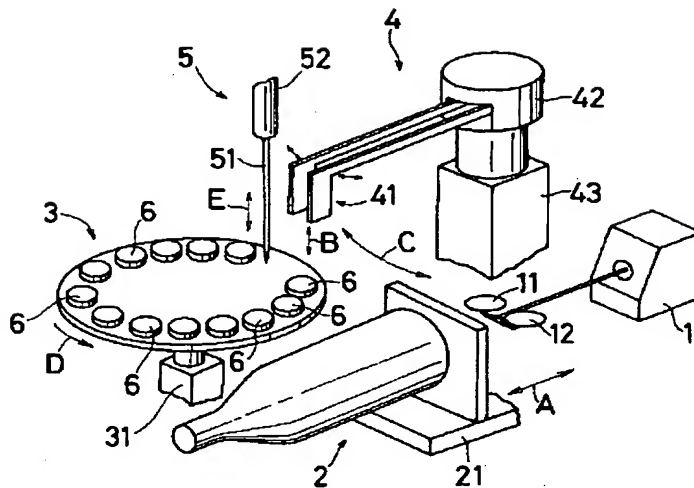
【符号の説明】

- 1 重量測定機構
- 1 1 試料測定台
- 2 加熱炉ユニット
- 2 1 加熱炉駆動機構
- 3 試料パン待機トレイ

- 31 回動機構
- 4 搬送機構
- 41 搬送グリップ
- 42 グリップ開閉機構
- 43 搬送駆動部
- 5 穿孔機構

- 51 穿孔ピン
- 52 穿孔機構駆動部
- 6 試料パン
- 60 試料
- 61 パン本体
- 62 パン蓋

【図1】



【図2】

